MIUSE 三重大学 Mie University Scholarly E-collections
学術機関リポジトリ 研究教育成果コレクション

Departmental Bulletin Paper / 紀要論文

透過電顕 (TEM) Evac. Sequence エラーのメンテナンス

中村, 昇二

技術官等による技術報告集. 2004, 12, p. 71-73.

http://hdl.handle.net/10076/10080

透過電顕(TEM)Evac. Sequence エラーのメンテナンス

The maintenance of the Evac. Sequence error for TEM

工学部技術部第一技術系　中村昇二
Shoji NAKAMURA (Department of Technique)

When TEM is divided from the viewpoint of vacuum, they become electronic gun room, a lens, sample room, camera room, spare exhaust room. Spare exhaust corresponding to the purpose and a main exhaust movement become necessary with each department as well. But, an exhaust sequence doesn't proceed by a few troubles only occurred in the exhaust. So, overhaul about that exhaust is introduced by this report.

Key words: TEM, vacuum, exhaust, overhaul

1．はじめに

本学機械工学科の生体システム工学研究分野には，昭和 54 年に購入された透過型電子顕微鏡・日立製 H-500H（以下 TEM という）がある．図 1 に TEM 本体を示す．本学に移管されたのが平成 5 年であり，その後 9 年余り一度もオーバーホール（以下 OH という）のメンテナンスを受けずに酷使され，また消耗品に関してもほとんど交換の実態がなかった．しかし，遂にこの 3 月突如自動シーケンスが止まり予備排気から主排気動作へ進まないというトラブルが発生した．これら排気動作不良により，高真空が確保できずに電子ビームを発生させることができないことになる．本来ならメーカーへの修理依頼となるが，機器自体が古いことと研究分野単独で維持する大型機器であることから安易に修理依頼できないのが現状である．そこで本報告では，真空・空圧系を中心に独自で行った OH および調整への取組みを報告する．

2．TEM の構成

TEM における情報伝達の媒体機能を担うのは電子ビームである．高電圧を印加され電子銃により放出された電子ビームは，試料を通過した後に電子レンズで拡大され，最終的にスクリーン上に像を結ぶことになる．電子顕微鏡像から試料に関する信頼性の高い情報等を得るには，このような鏡体内における電子ビームの伝播をきめ細かく制御しなければならない[1]．これらの高精度な機能を発揮するために，TEM は基本的な構成要素として，高圧系，レンズ系，真空系，空圧系および水冷系とから成り立っている．

3．排気系構造と発生トラブル

TEM の排気系は試料の汚染がなく純粋な状態で形態観察ができるように，真空中に残留するハイドロカーボン系分子の少ない綺麗な真空を得ることが必要である．また，排気操作が容易で誤操作対策および停電，断水対策等を完備していることも大切である．TEM の排気系は前記の点を考慮して，排気速度の増大と到達真空度の向上をはかり，各種安全対策を施した完全自動独立 2 系統排気系を備えている．また，排気系を大別するとポンプユニット，操作パネル，排気系シーケンス部および真空計から成っている[2]．

TEM を真空的に分割すると，電子銃室，レンズ系，試料室，カメラ室，乾板予備排気室である．各部とも，その目的に応じた予備排気と主排気動作が必要になる．この操作を誤りなく能率的に，しかも自動的に行わせる排気動作のプログラムが EVAC.SEQUENCE 回路に組み込まれている．今回発生したトラブルは，前記の EVAC.SEQUENCE 内での予備排気以降進まないということから始まった．図 2 に TEM 本体背面にある EVAC.SEQUENCE パネルを示す．トラブルの兆候としては，高真空側を示すペニング真空計のインジケーターが安定せずふらつき始めたという経緯があった．そこで筆者が行った初動メンテナンスとして同真空系の OH であったが，確かにカソード・陽極シリンダー内壁の汚れはあったがインジケーターのふらつきを改善するまでには至らなかった．その後，高真空側まで真空が上がらないどころか予備排気の状態でシーケンスが止まってしまうということになった．

4．メンテナンス（オーバーホールおよび調整）

EVAC.SEQUENCE での予備排気以降進まないということから，ロータリーポンプ（以下 RP という）の性能等確認後，真空系，空圧系に関連するパーツの OH およびクリーニングを行った．図 3 から図１６に OH および調整を行った主なパーツ・分解写真をメンテナンス順に示す．図３から図５に示すペンニング真空計と同真空系基盤以外は，駆動部分を伴ったパーツばかりでありオイル等による激しい汚れが原因で動作しない部位が多く見受けられた．それら全て OH 後，クリーニングおよびグリスアップを念入りに行った．

写真には一部のみの表示であるが，各種バルブにおいては複数あるものがほとんどであり時間を要することとなった．特に，図１２に示す超高真空を作るための油拡散ポンプ（以下 DP という）内のオイル量が，基準では 150cc であるが残が 5cc しかないことには驚かされた．また各々パーツの汚れは酷いものの破損個所が無かったことは，消耗品を購入する手間と予算をとられず幸いであった．

５．トラブル考察と再起動

４に示した OH および調整を進めて行く上で，漸く EVAC.SEQUENCE が進みかけたところが図１１に示す空圧基盤のリレー接点等を含めた OH であった．メンテナンス開始後２ヶ月目のことである．同時に空圧ホース系の各コネクターのシール効果をあげることにより初期トラブルの兆候であったペニング真空計インジケーターのふらつきまでは回復した．その後図１２に示す DP の OH を行い減少しているオイル交換とジェットアセンブリー等のクリーニングを行うことにより真空計のふらつきは改善された[3]．高真空到達後，75ｋＶ の加速電圧を印加し電子線の発生を確認した．図１７，１８に全てのメンテナンス終了後，筆者が所属する研究分野にて作製された磁性微粒子を１０万倍にて撮影した写真と同電子線回折像を示す．以上からトラブル発生原因を考察すると，清浄でない雰囲気での空圧基盤リレー接点が汚染され連動する各バルブの動作を微妙に狂わせたと考える．その後 RP および DP 側からのオイル等が流れ出すことによりバルブ駆動部への障害を与え，最終的に DP ポンプオイルの極端な減少に繋がり EVAC.SEQUENCE 不能に至ったと想像する．

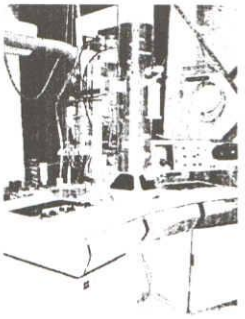

Fig. 1 TEM

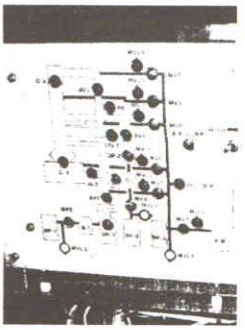

Fig. 2 Evac. Sequence

Fig. 3 Penning gauge

Fig. 4 OH of penning G.

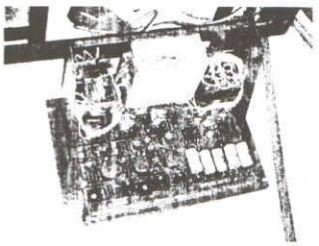

Fig. 5 Vacuum circuit

Fig. 6 Air leak valve

Fig. 7 Solenoid valve

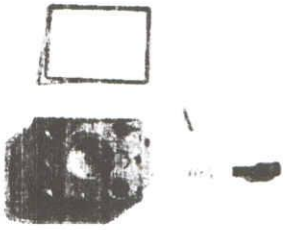

Fig. 8 OH of Solenoid valve

Fig. 9 Vacuum Valve

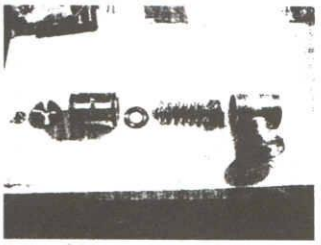

Fig. 10 OH of Vacuum valve

Fig. 11 Pneumatic relay unit

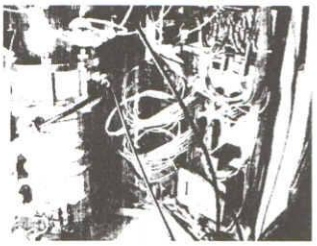

Fig. 12 DP-1/T switch

Fig. 13 OH of DP-1

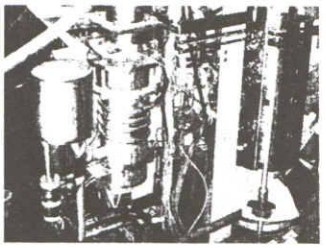

Fig. 14 DP-2

Fig. 15 Anode/Wehnelt

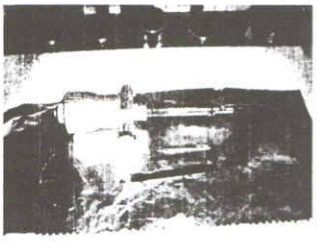

Fig. 16 OH of Movable aperture

Fig. 17 TEM image(x100000)

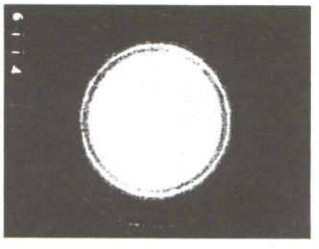

Fig. 18 Diffraction image

6．おわりに

トラブル発生から三ヶ月の時間を要し，なんとか元の状態に戻った．TEM に対して以前までは，ほぼメンテナンスフリー（特に排気系はタフである）で扱える機器という先入観であったものが，改めて超精密機器であることを再認識させられた．メーカーの機器マニュアルに挙げられている消耗品の交換等は期限を守り行うことは当然であるとともに，今後疎かに考えていた機器が設置されている環境を注意していく必要があると考える．最後に，OH および調整に関して多大なご協力を頂いた本学医学部電子顕微鏡センターの小川覚氏，日立計測器サービスの高田誠一氏に感謝の意を表する．

7．参考文献

[1] 日本電子顕微鏡学会編「透過型電子顕微鏡」丸善株式会社
[2]「H-500H 形日立電子顕微鏡取扱説明書」日製産業株式会社
[3] 堀越源一「真空技術」東京大学出版会